复 合 材 料 学 报　　第24 卷　第6 期　12 月　2007 年
Acta Materiae Compositae Sinica　　Vol. 24　No. 6　December　2007

文章编号: 1000-3851(2007)06-0057-06

真空压力下树脂沿织物铺层厚度渗透速率

程文礼, 李　敏*, 张佐光, 王绍凯
(北京航空航天大学 材料科学与工程学院, 北京 100083)

摘　要: 为了考察树脂膜熔渗(RFI)工艺过程中树脂在高温条件下沿织物铺层厚度方向的不饱和渗透特性, 应用自行设计的测试系统, 考察了液体沿织物铺层厚度方向流动前锋的影响因素, 测试并分析了液体沿玻璃纤维铺层厚度方向渗透速率的主要影响因素及其变化规律。结果表明, 液体沿纤维织物厚度方向流动为宏观上的一维流动。真空压力增大、树脂温度升高、纤维体积分数减小, 均可使液体的渗透速率加快。另外, 对比发现, 70 ℃ E-51 环氧树脂沿玻璃纤维铺层厚度方向的渗透特性与室温下硅油的渗透特性基本相当。

关键词: 树脂膜熔渗(RFI); 渗透速率; 真空压力; 树脂黏度; 纤维体积分数
中图分类号: TB332　　**文献标志码:** A

Impregnation velocity of resin along the thickness of fiber stacks under vacuum pressure

CHENG Wenli, LI Min*, ZHANG Zuoguang, WANG Shaokai
(School of Materials Science and Engineering, Beijing University of Aeronautics and Astronautics, Beijing 100083, China)

Abstract: In order to investigate the unsaturated impregnation property of resin along the thickness of fiber stacks at high temperature during the process of resin film infusion(RFI), the influence factors of the flow front of resin were studied, and the effects of the primary factors on the impregnation velocity of liquids along the thickness of glass fiber weaves and the rules were tested and analyzed by using the self-designed equipment. The results indicate that the resin infusion along the thickness of fiber stacks is one-dimensional flow, and the impregnation velocity of liquids can be increased by increasing the vacuum pressure, raising the temperature of resin and reducing the volume fraction of fibers. In addition, the impregnation behaviors of E-51 epoxy resin at 70 ℃ and silicone oil at room temperature along the thickness of glass fiber plies are almost homological.

Keywords: resin film infusion (RFI); impregnation velocity; vacuum pressure; viscosity of resin; volume fraction of fibers

树脂膜熔渗(Resin film infusion, RFI)工艺是复合材料液体成型的主要技术之一, 其主要原理是通过真空或压力的作用使基体树脂渗透到纤维预制件中, 并排除基体树脂与模腔中的全部气体, 彻底浸润纤维。该工艺方法克服了树脂传递模塑(Resin transfer molding, RTM)等成型方法在制造飞机、船舶等大型制件时, 纤维预制件渗透时间长导致树脂黏度增大的缺点, 而且将复杂的三维树脂流动转化为一维(厚度)方向的流动。树脂在成型过程中流动距离短, 因而树脂可以具备较高的黏度, 也可以缩短成型时间。随着加工工艺的不断完善, 国内外相继开发出多种高性能的树脂膜基体, 如 Hexcel 公司、Advanced Composites Group 等公司已分别商品化生产 M18、XHTM45 等环氧树脂膜[1-4]。目前对 RFI 工艺渗透规律的研究较少。Park 等人建立了 RFI 流动理论模型[5-7], 但结合实际工艺条件下的验证研究工作较少。李敏等人针对 RFI 工艺, 设计研制了渗透测试系统, 分别考察了树脂在真空压力或自发浸润作用下沿织物铺层厚度方向的渗透行为[8-9]。本文作者在此基础上以高温条件下高黏度纯树脂为研究对象, 实验研究真空压力驱动下沿玻璃纤维铺层厚度方向的一维渗透流动, 通过正交

收稿日期: 2007-01-30; 收修改稿日期: 2007-03-26
通讯作者: 李　敏, 博士, 主要从事先进树脂基复合材料的研究　E-mail: leemy@buaa.edu.cn

设计，分析并消除了树脂的边缘流动。并通过 Darcy 定律，定量分析了硅油和 E-51 环氧树脂渗透速率的影响因素及其变化规律，研究结果对模拟 RFI 工艺充模流动过程具有重要意义。

1　实　验

1.1　实验材料

实验用纤维织物：SGF W430 型玻璃纤维单向布（南京彤天科技实业有限责任公司）；实验用液体：硅油（北京化工试剂公司）；E-51 环氧树脂、501 稀释剂（无锡树脂厂）；593 固化剂（上海树脂厂）。

1.2　实验方法

采用实验室自行设计研制的织物铺层厚度方向液体渗透测试系统[8]，测试均采用单向织物单向铺层方式，铺层尺寸50 mm×50 mm，每次实验均铺放30 层。

2　结果与讨论

2.1　一维流动影响因素

在液体成型过程中，由于纤维预成型体的尺寸很难与模具完全吻合，因此在外压作用下树脂充模时容易沿模具边缘产生快速流动，即边缘效应。边缘效应的存在将导致流动前锋不一致，造成复合材料制品的缺陷。为了保证实验测试精度，本文中首先考察了边缘效应的影响因素，以便通过实验手段将其消除，保证渗透性能分析的准确量化。

试验采用 E-51 环氧树脂体系和 SGF W430 玻纤单向布单向铺层进行边缘效应研究。依据流动方程及实验条件，确定边缘效应的影响因素，主要包括液体黏度、纤维体积分数、真空压力以及纤维与夹具间空隙。为了科学评价诸因素的影响，试验进行了正交设计，选取 $L8(2^7)$ 正交表进行4 因素2 水平实验设计。树脂体系采用593 固化剂，501 稀释剂，并通过改变稀释剂的用量来调节树脂体系的黏度。压力水平分别为20 kPa、40 kPa；纤维体积分数为40.7 %和53.8 %。由于密封剂可以封堵纤维与夹具边缘的空隙，所以试验以夹具边缘是否涂覆密封剂作为有无空隙的2 个水平。

试验过程中环氧树脂体系在真空压力作用下沿织物铺层厚度渗透的时间均控制为2 min，在合适的温度制度下进行固化，然后利用酚醛树脂浸润未渗透的干纤维并固化。由于2 种树脂颜色的差别，可以清晰观察到环氧树脂体系渗透的前锋位置，并且可测量不同位置环氧树脂的渗透高度，如图1 所示。

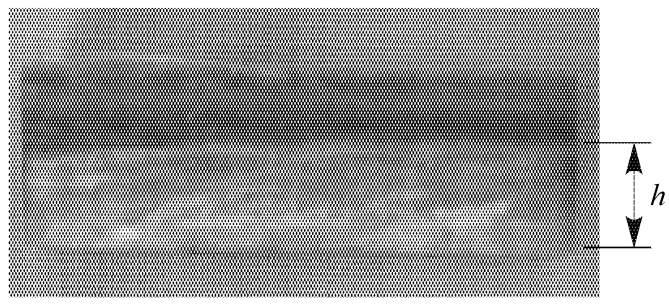


图1　环氧树脂渗透高度测量示意图

Fig.1　Schematic of measurement for impregnation height of epoxy resin

利用不同位置渗透高度的标准差来表征流动前锋的均匀性，从而评价边缘效应的影响，其计算公式为

$$s = \frac{\sum_{i=1}^{n}(h_i - \bar{h})^2}{n-1} \tag{1}$$

式中：s 为标准差；h_i 为各点高度；$\bar{h}$ 为高度平均值；n 为测量位置数。实验中选取20 个不同测量位置。

正交实验极差分析结果如图2 所示。由图2 可知，各因素对边缘效应的影响程度由大到小依次为：夹具边缘涂覆密封剂、黏度、体积分数、真空压力。即涂覆密封剂对抑制边缘效应较有效，控制树脂黏度也有一定作用，相比之下，体积分数和真空压力对边缘效应的影响较小。

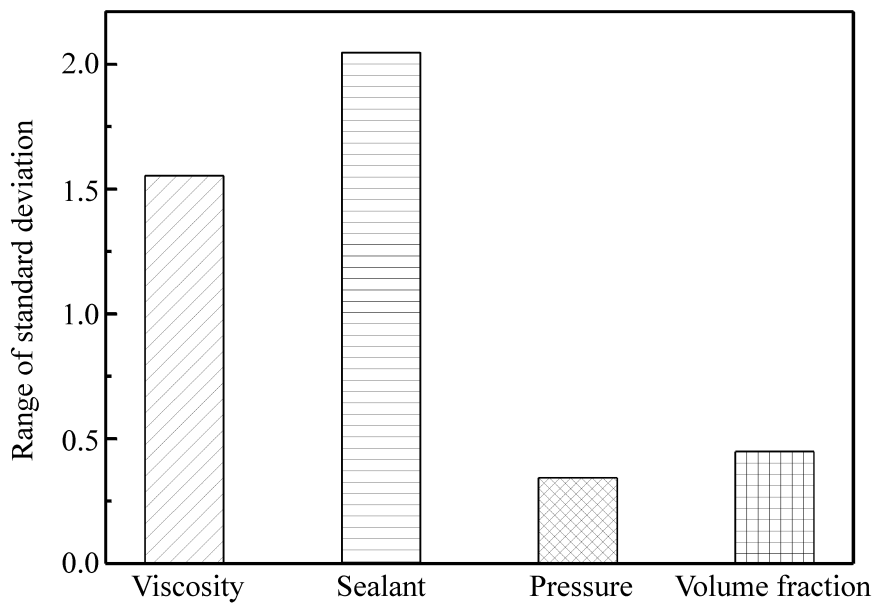
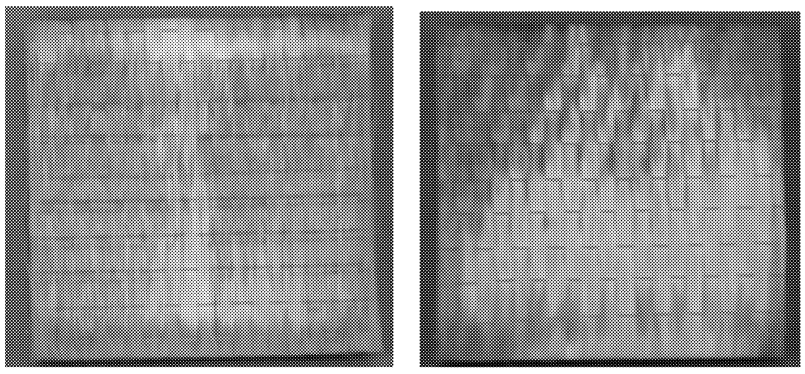


图2　树脂流动前锋影响因素极差分析结果

Fig.2　The results of range analysis for influence factors of the flow front

图3 为相同条件下（V_f = 53.8 %，真空压力为40 kPa）夹具边缘涂覆密封剂与未涂时上表面同一

铺层位置树脂的渗透情况。由图3 可知，未涂覆密封剂时纤维织物中间较边缘的渗透慢，会发生明显的边缘向中间的横向流动，织物中树脂的分布不均匀；而涂覆密封剂的织物则浸渍比较均匀。这是由于密封剂封堵了纤维与夹具边缘的空隙。因此，在后续渗透测试实验中，均通过涂覆密封剂来保证树脂在纤维铺层垂直方向渗透流动的均匀性。



(a) Coat sealant (b) Uncoat sealant

图3 密封剂对树脂渗透的影响

Fig.3 Influence of sealant on the impregnation of resin

2.2 测试数据分析方法

渗透实验过程中，当真空阀门打开瞬间，液体对夹具有一个突然冲击，使天平的测试结果出现2 个阶段：质量波动较大阶段和稳定渗透增长阶段。由于波动阶段时间短，前期研究主要以稳定渗透阶段起点作为渗透的起始点，忽略了波动阶段较小的渗透质量。本文中为了更准确确定渗透起始点，通过称量渗透前后预成型体的质量增加来获得最终渗透质量，用逆推法确定渗透起始测试质量。通过空白实验，测定不同条件下从开启真空装置至液体流出多孔板的时间，以此来确定测试曲线上的时间起点，并结合上述质量起点，获得渗透曲线。

为直接分析液体在织物中的渗透速率，消除体积分数变化对分析的影响，需将测得的渗透质量按下式转化为渗透高度：

$$h = \frac{m}{\rho S(1 - V_f)} \tag{2}$$

式中：h 为渗透高度；m 为液体渗透质量；S 为夹具横截面积；ρ 为液体密度。

假设测试所用液体均为牛顿流体，纤维堆积体在整个渗透过程中不可压缩，则流体在其中的渗透过程可由Darcy 定律进行描述。由前面研究可知，液体在玻纤织物铺层中的渗透是垂直方向的一维稳定流动。若忽略重力作用，液体的渗透速率可用一维Darcy 定律描述：

$$\frac{dh}{dt} = \frac{K}{\eta\varepsilon}\frac{P_v + P_c}{h} \tag{3}$$

式中，ε、K、η、P_v、P_c、h 分别为纤维堆积体的孔隙率、渗透率、液体黏度、真空压力、毛细压力及渗透高度，将式(3) 积分整理得

$$h = \frac{2K(P_v + P_c)}{\eta\varepsilon}t \tag{4}$$

即渗透高度与时间的平方根呈正比关系，其斜率k 可以反映液体渗透高度随时间增长的快慢，因而可用其来表征渗透速率的大小：

$$k = \frac{2K(P_v + P_c)}{\eta\varepsilon} \tag{5}$$

由上式可知，渗透速率k 主要与纤维体积分数、真空压力、液体的黏度以及液体种类等有直接关系。图4(a) 为硅油在不同真空压力下对体积分

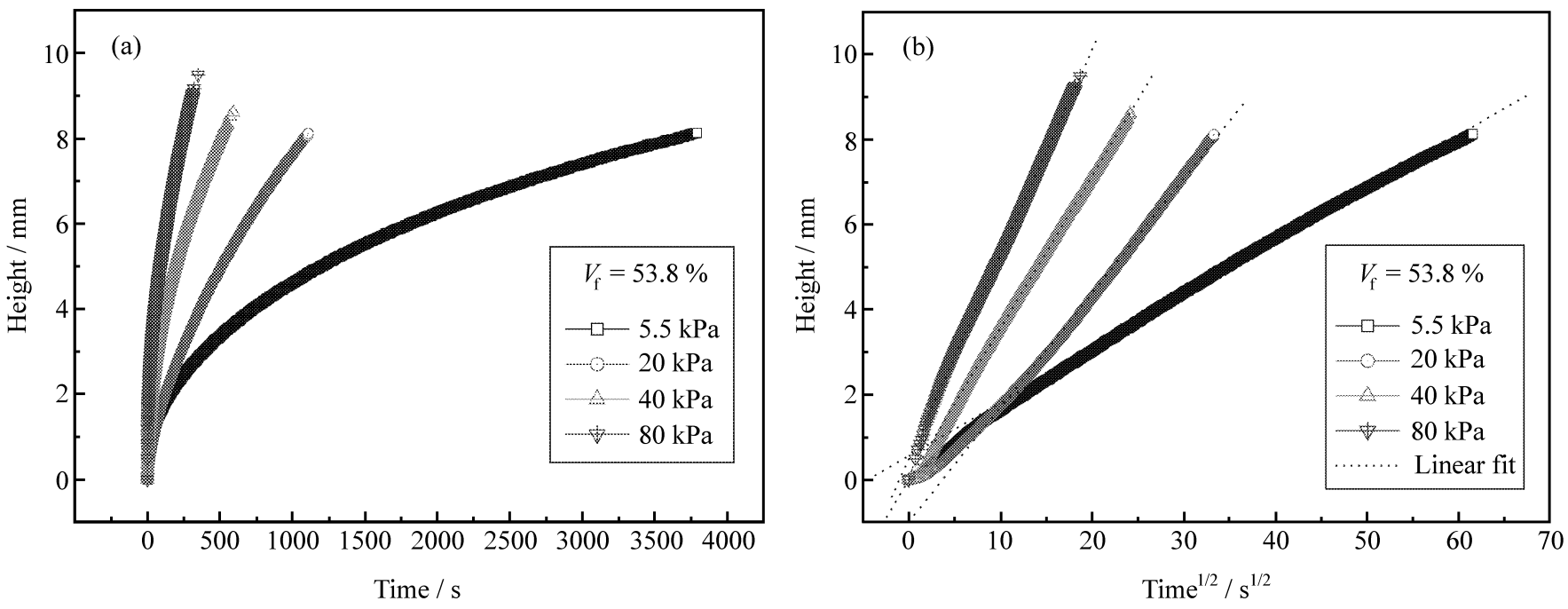


图4 不同真空压力下硅油的渗透曲线及渗透高度与时间平方根关系

Fig.4 Impregnation curves and the relationship between impregnation height and square root of time of silicone oil under different pressures

数53.8 % 的玻璃纤维织物的渗透曲线，对其进行处理获得渗透高度与时间平方根的关系曲线如图4(b) 。图4(b) 所示的线性关系表明测试数据的分析方法比较合理，符合一维 Darcy 定律。

2.3　真空压力的影响

为考察真空压力对渗透速率的影响，分别对不同真空压力下硅油和 E-51 环氧纯树脂对玻纤织物铺层的渗透规律进行了研究。其中树脂温度恒定在70 ℃，该温度下 E-51 环氧纯树脂具有适于 RFI 工艺的黏度，流动性很好。依据数据分析方法，处理得到不同体积分数下渗透速率 k 与真空压力的关系曲线，见图5 。

由图5 可知，相同体积分数下，硅油在玻璃纤维织物厚度方向的渗透速率随真空压力的增大而增大。并且在实验范围内，当压力小于40 kPa 时，渗透速率 k 的增长较快，当压力大于40 kPa 后，其增长趋势减缓，尤其当纤维体积分数较小时，这种变化非常明显。一方面，这与毛细压力的协同作用有关，毛细压力对纤维束内渗透的影响较大，真空压力对束间渗透影响较大，因此随着真空压力改变，导致束内与束间渗透规律的变化，从而影响渗透速率；另一方面，在低体积分数下，受到纤维压缩特性的影响，30 层玻璃纤维单向布单向铺层干纤维压缩曲线如图6 所示，纤维堆积体积分数达到40 % 需要施加48 kPa 的压力，因此真空压力为5 .5 kPa、20 kPa 及40 kPa 时，不会进一步压缩纤维堆积体，对其体积分数没有影响；而当外加压力为80 kPa 时，实际体积分数将比40 % 有所增加，导致流动速率减小。当体积分数大于53 .8 % ，纤维堆积体需要的压缩载荷均大于渗透实验的最大真空压力，因此真空压力不会对53 .8 % 以上的体积分数造成影响。

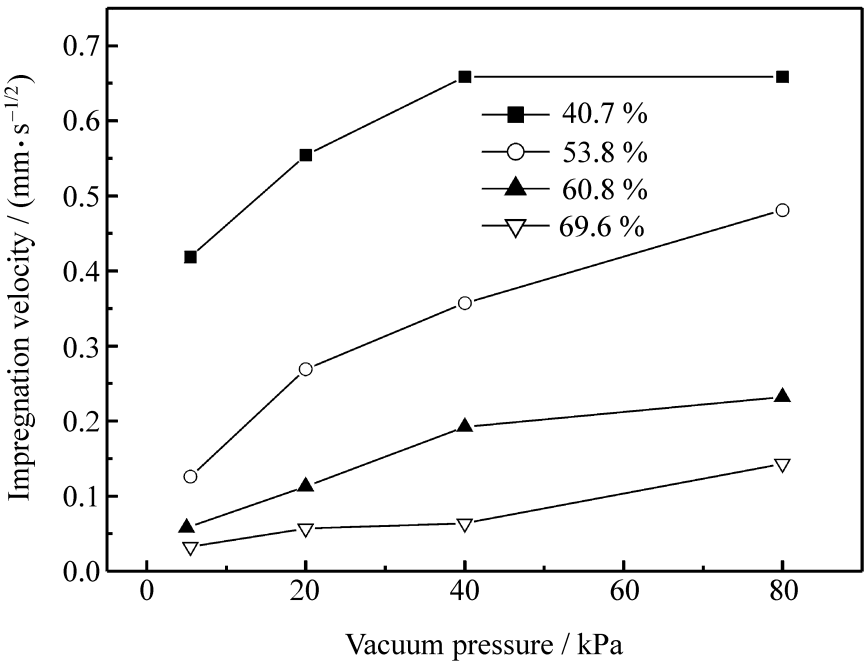


图5　硅油渗透速率随真空压力的变化

Fig .5　Variation of impregnation velocity of silicone oil under different vacuum pressures

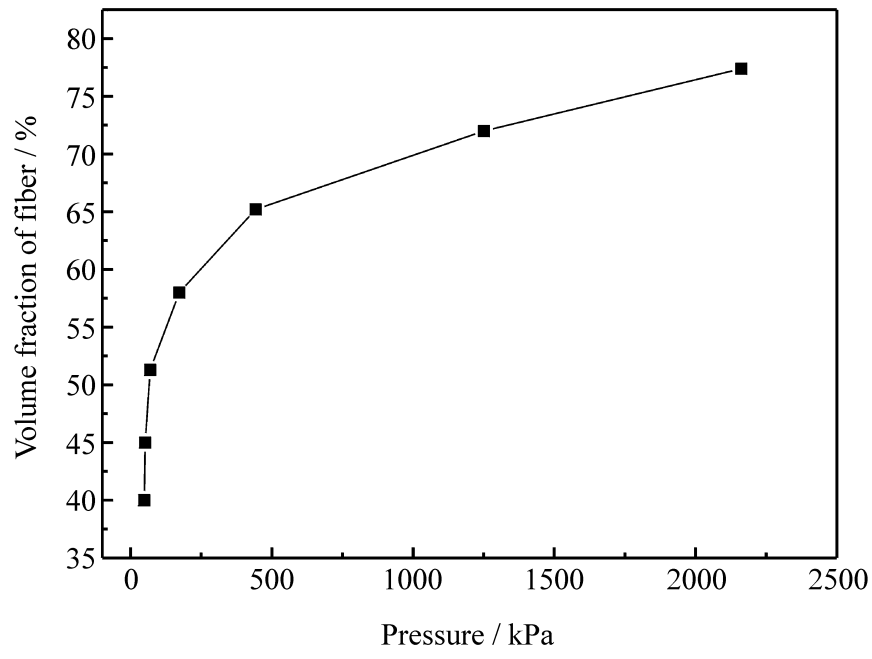


图6　玻璃纤维单向布单向铺层干纤维压缩曲线

Fig .6　Compaction curve for dry unidirectional glass weaves

为了对比不同液体的渗透行为，将70 ℃下环氧树脂对体积分数为53 .8 % 的玻纤织物渗透速率与室温条件下硅油的渗透速率对比作图，结果见图7 。由图可知，2 种液体在相同条件下的渗透速率差异很小，尤其在20 ～40 kPa 真空压力范围内，2 种液体的渗透特性基本相当。

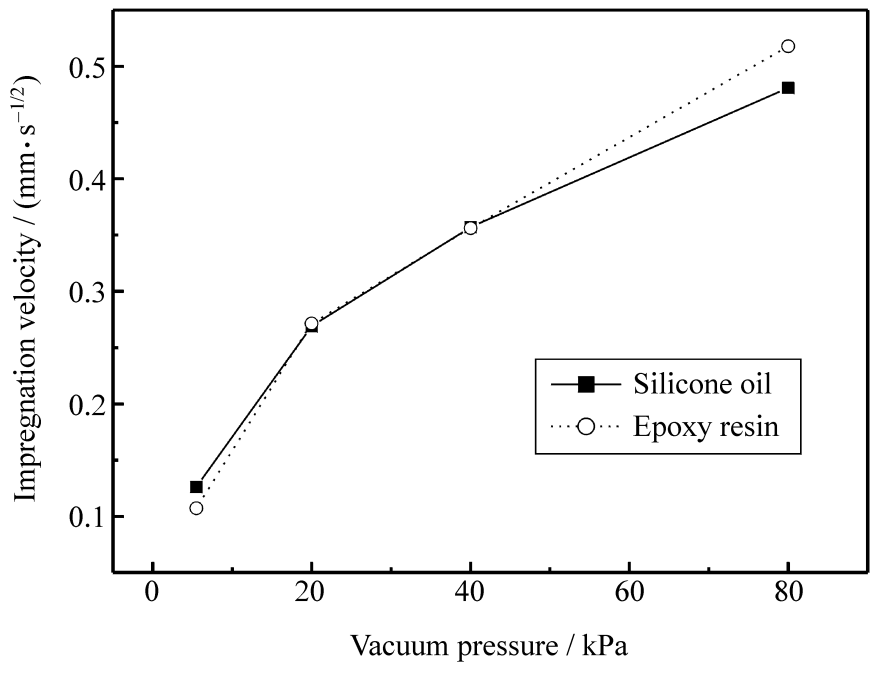


图7　不同压力下硅油与环氧树脂渗透速率对比

Fig .7　The comparison of impregnation velocity between silicone oil and epoxy resin under different vacuum pressures

2.4　纤维体积分数的影响

为考察织物铺层中的孔隙率对液体渗透行为的影响，实验考察了硅油对玻璃纤维铺层渗透速率随

纤维体积分数的变化规律，结果如图8 所示。可以看出，随着纤维体积分数增加，硅油的渗透速率降低，并且体积分数越大，真空压力对渗透速率的影响越小。这主要因为体积分数增大，纤维堆积紧密程度增加，流体的渗透流动通道尺寸减小，导致真空压力对渗透速率的影响作用减小。

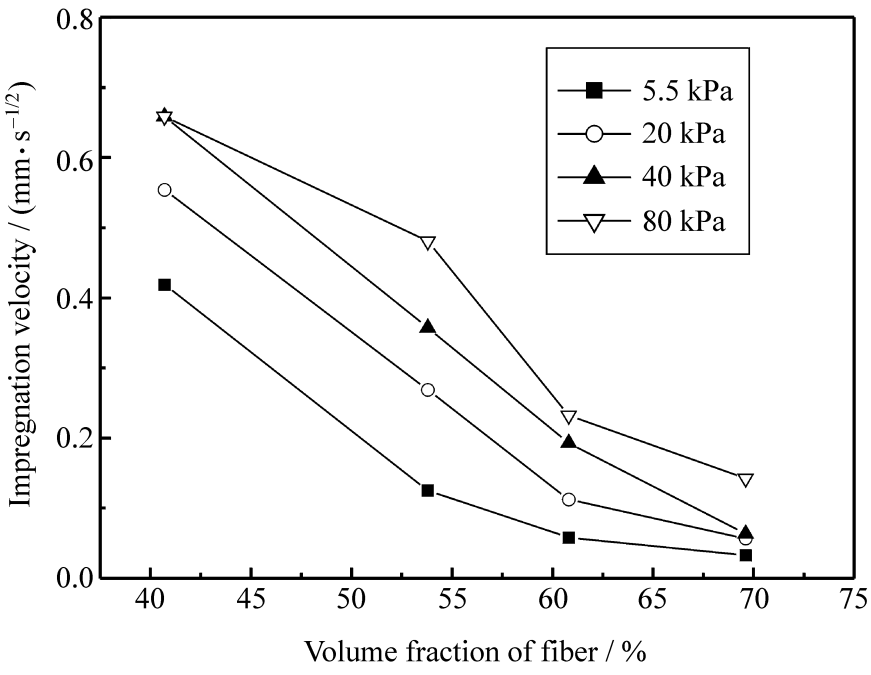


图8 硅油渗透速率随体积分数的变化

Fig.8 Variation of impregnation velocity of silicone oil under different volume fractions

另外，将硅油与70 ℃环氧树脂40 kPa 下的渗透速率随纤维体积分数的变化对比作图，结果如图9 所示。由图9 可知，2 种液体在相应条件下的渗透速率差异很小。这进一步证明在实验所采用真空压力和体积分数范围内，硅油和70 ℃的环氧树脂具有基本相当的渗透特性。

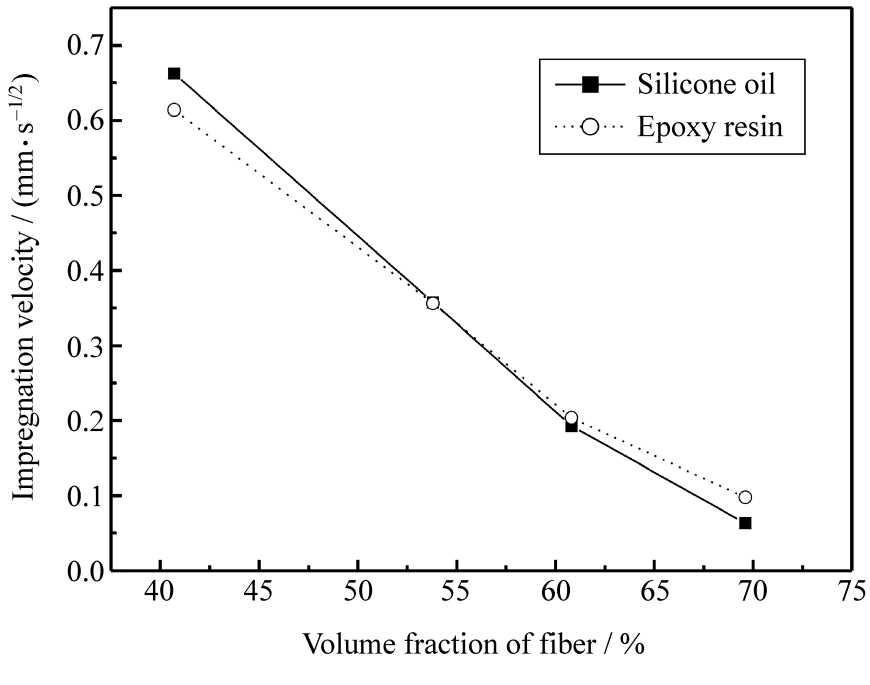


图9 不同体积分数下硅油与环氧树脂的渗透速率对比

Fig.9 The comparison of impregnation velocity between silicone oil and epoxy resin under different volume fractions

2.5 温度的影响

液体温度的变化对其黏度和表面张力都会产生很大的影响，由此使得液体的流动黏滞阻力和毛细压力发生变化，以致影响液体的渗透速率。为了考察温度对树脂渗透特性的影响，实验测试了40 kPa 真空压力下环氧树脂对体积分数为53.8 % 的玻纤织物铺层渗透速率随温度条件的变化规律，具体见图10 。由图10 可知，随着温度升高，环氧树脂的渗透速率增大，而且在高温下渗透速率增加更明显。由树脂在相应温度条件下的黏度和表面张力变化规律对比可知(表1) ，温度改变时黏度变化对渗透特性起到主要影响作用。

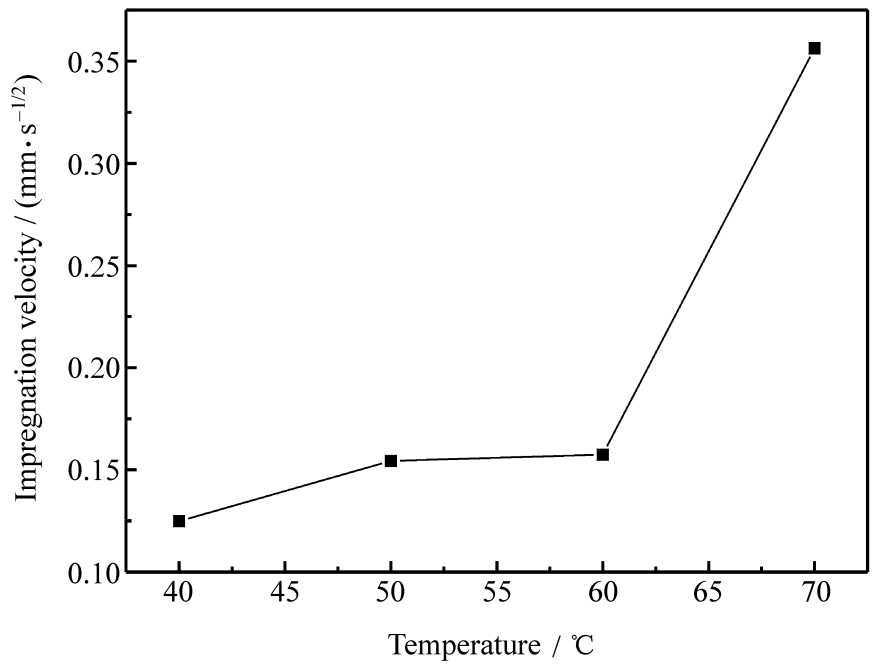


图10 环氧树脂渗透速率随温度的变化

Fig.10 Variation of impregnation velocity of epoxy resin at different temperatures

表1 环氧树脂黏度和表面张力随温度变化关系

Table 1 Viscosity and surface tension of epoxy resin at different temperatures

Temperatures/ ℃	40	50	60	70
Viscosity/(Pa·s)	1.46	0.61	0.26	0.15
Surface tension/(mN·m^{-1})	46.17	45.61	44.85	44.22

3 结 论

(1) 实验测试结果表明，硅油与环氧树脂对玻璃纤维织物单向铺层厚度方向的渗透行为符合一维Darcy 定律。并且由渗透方程斜率表征的渗透速率随真空压力增大而增大，随纤维体积分数增加而减缓。

(2) 在实验测试的体积分数和真空压力范围内，70 ℃条件下E-51 环氧树脂对玻璃纤维铺层厚度方向的渗透特性与室温条件下硅油的渗透特性基

本相当。

(3) E-51 环氧树脂对玻璃纤维织物单向铺层厚度方向的渗透速率随温度升高而增大，分析表明，温度对渗透特性的影响主要由黏度变化引起。

参考文献:

[1] 张国利，李嘉禄，杨彩云，李学明. RFI 工艺用环氧基树脂膜的研制[J]. 固体火箭技术，2006，29(2)：134-137.
Zhang Guoli，Li Jialu，Yang Caiyun，Li Xueming. Development of epoxy matrix resin film used in RFI [J]. Journal of Solid Rocket Technology，2006，29(2)：134-137.

[2] 唐邦铭，梁子青，蔡 杉，张子龙，益小苏. 复合材料 RFI 成形的树脂膜揭取性研究[J]. 材料工程，2005(3)：43-47.
Tang Bangming，Liang Ziqing，Cai Shan，Zhang Zilong，Yi Xiaosu. Investigation of separability of resin film used in advanced composite resin film infusion technology [J]. Materials Engineering，2005(3)：43-47.

[3] Blest D C，McKee S，Zulkifle A K，Marshall P. Curing simulation by autoclave resin infusion [J]. Composites Science and Technology，1999，59(16)：2297-2313.

[4] 张国利，黄 故. RFI 工艺树脂流动规律研究[J]. 天津工业大学学报，2002，21(2)：46-49.
Zhang Guoli，Huang Gu. Analysis of the resin flow in RFI process [J]. Journal of Tianjin Polytechnic University，2002，21(2)：46-49.

[5] Park Joohyuk，Kang Moon-Koo. A numerical simulation of the resin infusion process [J]. Composites Structures，2003，60(4)：431-437.

[6] Antonucci V，Giordano M L，Nicolais C A，Cusano A，Cutolo A，Inserra S. Resin flow monitoring in resin film infusion process [J]. Journal of Materials Processing Technology，2003，143/144(20)：687-692.

[7] Sevostianov I，Verijenko V E，von Klemperer C J. Mathematical model of cavitation during resin film infusion process [J]. Composite Structures，2000，48(1/3)：197-203.

[8] 徐 伟，李 敏，张佐光. 真空压力下液体沿炭纤维织物铺层厚度方向的渗透特性[J]. 复合材料学报，2006，23(3)：10-14.
Xu Wei，Li Min，Zhang Zuoguang. Impregnation property across carbon fiber stacks under vacuum pressure [J]. Acta Materiae Compositae Sinica，2006，23(3)：10-14.

[9] 罗慧珍，张佐光，李 敏. 纤维堆积体厚度方向浸渗特性[J]. 复合材料学报，2005，22(5)：83-88.
Luo Huizhen，Zhang Zuoguang，Li Min. Capillary impregnation in the transverse direction of fiber beds [J]. Acta Materiae Compositae Sinica，2005，22(5)：83-88.